



УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора ФГУП «ВНИИМС»

Н.В. Иванникова Н.В. Иванникова

28 " *января* 2016 г.

Анализаторы общего углерода

модели ТОС-4200, ТОС-Vws, ТОС-Vwp

Методика поверки

г.р. 64032-16

Москва 2016 г.

Настоящая инструкция распространяется на анализаторы общего углерода модели TOC-4200, TOC-Vws, TOC-Vwp, фирмы «SHIMADZU CORPORATION», Япония (далее – анализаторы) и устанавливает методику их первичной и периодической поверок.

Интервал между поверками – 1 год.

1 ОПЕРАЦИИ ПОВЕРКИ

1.1 При проведении поверки выполняют операции, указанные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование операции	Номер пункта методических указаний	Обязательное проведение операции при	
		выпуске после ремонта	эксплуатации
Внешний осмотр	4.1	Да	Да
Опробование	4.2	Да	Да
Определение метрологических характеристик – определение среднего квадратического отклонения случайной составляющей погрешности; – определение показателей точности результатов измерений.	4.3	Да	Да ¹⁾
	4.3.1	Да	Да ¹⁾
	4.3.2	Нет	Да ²⁾

¹⁾При отсутствии НД на методику измерений, утвержденной в установленном порядке по ГОСТ Р 8.563.

²⁾При наличии НД на методику измерений.

2 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1 При проведении поверки выполняют
– правила техники безопасности при эксплуатации электроустановок по ГОСТ Р 12.1.019-2009,
– правила пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91,
– правила работы с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76,
– требования безопасности, приведенные в Руководстве по эксплуатации поверяемого анализатора.

2.2 Прибор должен быть надежно заземлен.

3 СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

3.1 При проведении поверки используют следующие средства измерений, вспомогательное оборудование и реактивы:

- ГСО №№ 7425-97, 8403-2003, 7863-2000;
- весы специального класса точности, НПВ 200 г, ГОСТ 53228-2008;
- колбы мерные наливные 2-100-2, 2-200-2, 2-500-2, ГОСТ 1770-74;
- пипетки градуированные 1-2-2-5, ГОСТ 2927-91;
- пипетки с одной отметкой 2-2-10, 2-2-25, ГОСТ 29169-91;

- натрий углекислый кислый (натрия гидрокарбонат) квалификации «ч.д.а.» по ГОСТ 4201-79;
- калий азотнокислый (калия нитрат) квалификации «ч.д.а.» по ГОСТ 4217-77;
- D- глюкоза квалификации «ч.д.а.» по ГОСТ 6038-79 (CAS № 50-99-7);
- вода дистиллированная, ГОСТ 6079-72;
- система очистки воды, обеспечивающая сопротивление очищенной воды не более 18 МОм.

Примечание: для поверки требуется не менее 3 ампул (15 см³) ГСО № 7425-97, не менее 15 ампул (75 см³) ГСО № 8403-2003.

3.2 Допускается применять другие средства поверки (в т.ч. контрольные растворы, приготовленные гравиметрическим методом из чистых веществ), технические и метрологические характеристики которых соответствуют указанным в настоящей инструкции.

3.3 На основании письменного заявления владельца СИ допускается проведение поверки для меньшего числа поддиапазонов в соответствии с назначением анализатора.

3.4 При проведении периодической поверки анализаторов, эксплуатируемых по НД на методики измерений, отвечающим требованиям ГОСТ Р 8.563-2009, проверяют показатели точности результатов измерений в соответствии с процедурами и нормативами контроля, регламентированными в НД на методику измерений.

4 УСЛОВИЯ ПОВЕРКИ И ПОДГОТОВКА К НЕЙ

4.1 При проведении поверки соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С 20 ± 5
- относительная влажность воздуха, % , не более 85

4.2 Требования к квалификации поверителей:

Поверителем может быть физическое лицо – сотрудник органа Государственной метрологической службы или юридического лица, аккредитованного на право поверки и прошедший аттестацию в установленном порядке, ознакомленный с эксплуатационными документами на поверяемые анализаторы и прошедший инструктаж по технике безопасности.

4.3 Перед проведением поверки прибор выдерживают в лабораторном помещении не менее 8 ч. Анализатор подготавливают к работе согласно Руководству по эксплуатации.

4.4 Готовят очищенную от примеси СО₂ и органического углерода воду. Допускаемое остаточное содержание общего углерода в очищенной воде не должно превышать 50 мкг/дм³.

4.5 Перед проведением поверки готовят контрольные растворы в воде в соответствии с приложением к настоящей инструкции.

4.6 Промывают внутренние коммуникации прибора, многократно повторяя процедуру измерений, используя вместо пробы очищенную воду.

4.7 При необходимости регенерируют катализатор.

5 ПРОВЕДЕНИЕ ПОВЕРКИ

5.1 Внешний осмотр

При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие комплектности анализатора паспортным данным;
- четкость маркировки;
- исправность механизмов и крепежных деталей.

5.2 Опробование

5.2.1 Анализатор включают и проверяют прохождение программы диагностики состояния в соответствии с инструкцией по эксплуатации. Должны отсутствовать сообщения об ошибках, превышении фона и индикации некорректного состояния рабочих параметров.

5.2.1 Проверка идентификационных данных ПО анализаторов общего углерода модели ТОС-4200, ТОС-Vws, ТОС-Vwp

При опробовании проверяют соответствие идентификационных данных ПО анализаторов НД.

При включении прибора на мониторе ПК должно высвечиваться
Модель ТОС-4200 (встроенное)

Идентификационное наименование ПО	ТОС-4200
Номер версии (идентификационный номер) ПО	ver. 0.99.20 (и выше)

Модель ТОС-Vws (встроенное)

Идентификационное наименование ПО	ТОС V Ws
Номер версии (идентификационный номер) ПО	ver. 1.05.00 (и выше)

Модель ТОС-Vws/ ТОС-Vwp (внешнее)

Идентификационное наименование ПО	ТОС Control V
Номер версии (идентификационный номер) ПО	ver. 2.30 (и выше)

5.3 Определение метрологических характеристик

Определение метрологических характеристик анализаторов выполняют в режиме «Offline».

5.3.1 Определение среднего квадратического отклонения случайной составляющей погрешности измерений

5.3.1.1 Значение СКО случайной составляющей погрешности измерений определяют, анализируя контрольные растворы, приготовленные в соответствии с Приложением 1 к настоящей инструкции.

Анализ контрольных растворов проводят в соответствии с Руководством по эксплуатации. Число измерений для каждого раствора (п) не менее 6. Обрабатывают результаты последних 5-ти измерений.

5.3.1.2 Вычисляют значение СКО случайной составляющей погрешности, приведенной к верхней границе диапазона, σ_{np} - по формуле (1), относительной, σ_r - по формуле (2).

$$\sigma_{np} = \frac{100}{y_k} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2}{n-1}}, \quad (1)$$

$$\sigma_r = \frac{100}{\bar{y}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2}{n-1}}, \quad (2)$$

где y_i, \bar{y} – i -тое и среднее значения результатов измерений массовой концентрации общего углерода ТС (неорганического углерода IC, общего азота TN) для каждого раствора, соответственно, мгС/дм³ (мгN/дм³),

y_k – значение верхней границы диапазона измерений, для которого нормировано приведенное СКО (в соответствии с НД), мгС/дм³ (мгN/дм³),

Полученные значения относительного и приведенного СКО не должны превышать значений, приведенных в таблице 2.

Таблица 2

Модель, опция	Диапазон измерений,	Контроль- ный раствор №	Предел допускае- мой СКО случай- ной составляющей погрешности, %:	Примечание
ТОС-4200, стан- дартная опция	ТС: от 0 до 5,0 мгС/дм ³	КР 3	2,0	Приведенное, σ_{np}
	ТС: от 5 до 1000 мгС/дм ³	КР 2	2,0	Относительное, σ_r
	ТС: свыше 1000 до 20000 мгС/дм ³	КР 5	5,0	Относительное, σ_r
ТОС-4200, опция высокой чувстви- тельности	ТС: от 0 до 1,0 мгС/дм ³	КР 4	3,0	Приведенное, σ_{np}
ТОС-4200, опция IC	IC: от 0 до 100 мгС/дм ³	КР 5 или КР 6	2,0	Приведенное, σ_{np}
	IC: свыше 100 до 5000 мгС/дм ³	КР 10	5,0	Относительное, σ_r
ТОС-4200, опция TN	TN: от 0 до 1,0 мгN/дм ³	КР 11	4,0	Приведенное, σ_{np}
	TN: свыше 1,0 до 4,0 мгN/дм ³	КР 12	4,0	Относительное, σ_r
	TN: свыше 4,0 до 200 мгN/дм ³	КР 13	2,0	Относительное, σ_r
	TN: свыше 200 до 10000 мгN/дм ³	КР 14	5,0	Относительное, σ_r
ТОС-Vws/ТОС- Vwp	ТС: от 0 до 100 мгС/дм ³	КР 1	1,5	Приведенное, σ_{np}
	ТС: свыше 100 до 3500 мгС/дм ³	КР 2	2,0	Относительное, σ_r
	IC: от 0 до 100 мгС/дм ³	КР 5 или КР 6	1,5	Приведенное, σ_{np}
	IC: свыше 100 до 3500 мгС/дм ³	КР 7 или КР 8	2,0	Относительное, σ_r

5.3.2 Показатели точности должны соответствовать указанным в НД на Методику измерений.

6 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ПОВЕРКИ

6.1 Результаты поверки анализатора заносят в протокол.

6.2 Положительные результаты поверки анализатора оформляют выдачей свидетельства. Поверочный знак наносят на переднюю панель анализатора (модели ТОС-Vws, ТОС-Vwr) и на внутреннюю поверхность двери корпуса (модель ТОС-4200).

6.3 Анализаторы, не удовлетворяющие требованиям настоящих рекомендаций, к эксплуатации не допускают. Анализатор изымают из обращения, свидетельство о поверке изымают и выдают извещение о непригодности с указанием причин.

6.4 После ремонта анализатор подвергают поверке.

Научный сотрудник «ФГУП ВНИИМС»



Е.Г. Оленина

Приложение 1 (обязательное)

Методика приготовления контрольных растворов

1 Средства измерений, посуда, реактивы

- ГСО №№ 7425-97, 8403-2003, 7863-2000;
- весы специального класса точности, НПВ 200 г, ГОСТ 53228-2008;
- колбы мерные наливные 2-100-2, 2-200-2, 2-500-2, ГОСТ 1770-74;
- пипетки градуированные 1-2-2-5, ГОСТ 29227-91;
- пипетки с одной отметкой 2-2-10, 2-2-25, ГОСТ 29169-91;
- натрий углекислый кислый (натрия гидрокарбонат) квалификации «ч.д.а.» по ГОСТ 4201-79;
- калий азотнокислый (калия нитрат) квалификации «ч.д.а.» по ГОСТ 4217-77;
- D- глюкоза квалификации «ч.д.а.» по ГОСТ 6038-79 (CAS № 50-99-7);
- вода дистиллированная, ГОСТ 6079-72;
- система очистки воды типа «Milli-Q Academic» фирмы Millipore, США или аналогичная, обеспечивающая сопротивление очищенной воды не более 18 МОм.

2 Общие указания

2.1 Для приготовления растворов используют воду, очищенную с помощью системы очистки воды типа «Milli-Q Academic» фирмы Millipore, США или аналогичных. Измеряют остаточное содержание общего углерода. Допускаемое остаточное содержание общего углерода в очищенной воде не должно превышать 50 мкг/дм³.

2.2 Перед приготовлением контрольных растворов используемые реактивы, растворители, химическую посуду выдерживают в помещении, где будут готовить раствор, не менее 2 часов, посуду тщательно промывают с применением хромовой смеси, тщательно ополаскивают очищенной водой и высушивают.

3 Приготовление контрольных растворов

3.1 Контрольные растворы для определения диапазона измерений и значений относительного и приведенного СКО случайной составляющей погрешности измерений общего углерода (*ТС*) готовят в соответствии с таблицей 1-1.

Примечание - для ГСО № 7425-97 массовая концентрация ХПК 10 мг/см³ соответствует массовой концентрации общего углерода 4,0 мгС/см³.

Таблица 1-1

Контрольный Раствор №	Концентрация общего углерода, мг/дм ³	Исходное вещество/Исходный раствор	Навеска, г/Объем исх. раствора, см ³	Объем готового раствора, см ³
КР 1	50	ГСО № 7425-97	- / 2,5	200
КР 2	400	ГСО № 7425-97	- / 10	100
КР 3	2,5	КР 1	- / 5	100
КР 4	0,5	КР 1	- / 1	100
КР 5	20000	D-глюкоза ГОСТ 6038-79	(5,00 ± 0,01)/ -	100

3.2 Контрольные растворы для определения диапазона измерений и значений относительного и приведенного СКО случайной составляющей погрешности измерений неорганического углерода (*ИС*) готовят в соответствии с таблицей 1-2

Таблица 1-2

Контрольный Раствор №	Концентрация общего углерода, мг/дм ³	Исходное вещество/Исходный раствор	Навеска, г/Объем исх. раствора, см ³	Объем готового раствора, см ³
КР 6	49,25	ГСО № 8403-2003	- / 25	100
КР 7	50	КР 10	- / 10	100
КР 8	197	ГСО № 8403-2003	Без разб.	Не менее 50
КР 9	500	КР 10	- / 10	100
КР 10	5000	натрия гидрокарбонат по ГОСТ 4201-79	(3,50 ± 0,01) / -	100

3.3 Контрольные растворы для определения диапазона измерений и значений относительного и приведенного СКО случайной составляющей погрешности измерений общего азота (*TN*) готовят в соответствии с таблицей 1-3

Таблица 1-3

Контрольный Раствор №	Концентрация общего углерода, мг/дм ³	Исходное вещество/Исходный раствор	Навеска, г/Объем исх. раствора, см ³	Объем готового раствора, см ³
КР 11	0,5	КР 13	- / 1	200
КР 12	2,0	ГСО № 7863-2000	- / 1	500
КР 13	100	ГСО № 7863-2000	- / 10	100
КР 14	10000	калия нитрат по ГОСТ 4217-77	(7,20 ± 0,01) / -	100

3.4 Приготовление контрольных растворов из чистых реактивов.

В бюксе взвешивают указанную в соответствующей таблице навеску чистого реактива и количественно переносят его в мерную колбу. Добавляют до ¼ колбы очищенной воды комнатной температуры, перемешивают до полного растворения, доводят объем раствора до метки, тщательно перемешивают.

3.5 Приготовление контрольных растворов методом разбавления

Отбирают с помощью пипетки указанный объем исходного раствора, помещают в мерную колбу, доводят объем раствора до метки очищенной водой, тщательно перемешивают.

3.6 Погрешность массовой концентрации растворов не превышает ± 5 %.

3.7 Контрольные растворы используют в день приготовления.

Приложение 2
(рекомендуемое)

ПРОТОКОЛ ПОВЕРКИ

Анализатор общего углерода модель _____

Зав. № _____

Дата выпуска _____

Дата поверки _____

Условия поверки:

температура окружающего воздуха _____ °С;

атмосферное давление _____ кПа;

относительная влажность _____ %.

РЕЗУЛЬТАТЫ ПОВЕРКИ

1. Результаты внешнего осмотра _____

2. Результаты опробования _____

3. Результаты определения погрешности

Измеряемый компонент	Диапазон измерений	Предел допускаемого СКО, %	Значение СКО, полученное при поверке, %

4. Заключение _____

Поверитель _____